

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **2000-016872**

(43)Date of publication of application : **18.01.2000**

(51)Int.Cl.

C04B 35/626
C04B 38/00

(21)Application number : **10-201252** (71)Applicant : **IBIDEN CO LTD**

(22)Date of filing : **30.06.1998** (72)Inventor : **FUJISAWA MITSURU**

(54) **POROUS SILICON CARBIDE SINTERED BODY AND ITS PRODUCTION**

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To facilitate control of the pore diameter and produce sintered body of high mechanical strength by admixing a powder of „-type or „-type silicon carbide to an „-type silicon carbide powder of which the average particle size is specified to a certain value larger than that of the „- or „-type silicon carbide to be admixed.

SOLUTION: To 100 pts.wt. of an „-type silicon carbide with an average particle size of 5-100 „m, are homogeneously admixed 10-70 pts.wt. of an „- or „-type silicon carbide powder with an average particle size of 0.1-1 „m. This mixture is molded, fired at 1,700-2,300°C to give a porous silicon carbide sintered body. The sintered body has an average crystalline grain size of 5-100 „m, a pore diameter of 1-30 „m and a porosity of 20-60%. Through such process, the sintering temperature can be linearly and gently correlated to the pore diameter of the sintered body to facilitate the control of firing temperature for giving desired pore diameter. In addition, the bonding force between crystals is increased with increase of the contacting area between crystals and the mechanical strength is increased as a whole of the porous body.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

08.04.2005

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-16872
(P2000-16872A)

(43) 公開日 平成12年1月18日 (2000.1.18)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード* (参考)
C 0 4 B 35/626		C 0 4 B 35/56	1 0 1 P 4 G 0 0 1
38/00	3 0 4	38/00	3 0 4 Z 4 G 0 1 9

審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平10-201252

(22) 出願日 平成10年6月30日 (1998.6.30)

(71) 出願人 000000158

イビデン株式会社

岐阜県大垣市神田町2丁目1番地

(72) 発明者 藤沢 充

岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビ
デン株式会社大垣北工場内

Fターム(参考) 4G001 BA22 BB22 BC12 BC13 BC52

BC54 BD03 BD04 BD05 BD07

BD12 BD13 BD15 BD36 BD37

BE22 BE33 BE34

4G019 FA13 GA04

(54) 【発明の名称】 多孔質炭化珪素焼結体及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 結晶体製造時の気孔径制御を容易かつ確実に
行い、気孔の大きさが比較的均一で、機械的強度が優れ
た多孔質炭化珪素焼結体を得る。

【解決手段】 平均粒径が5～100 μ mの α 型炭化珪素
粉末100重量部に対し、平均粒径が0.1～1 μ mの
 α 型または β 型炭化珪素粉末を10～70重量部均一に
混合し、1700～2300℃の温度範囲で焼成する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 結晶粒径の平均値が5～100 μ m、気孔径が1～30 μ m、気孔率が20～60%であることを特徴とする多孔質炭化珪素焼結体。

【請求項2】 下記の第1工程～第3工程のシーケンスからなる、結晶粒径の平均値が5～100 μ m、気孔径が1～30 μ m、気孔率が20～60%である多孔質炭化珪素焼結体の製造方法。

第1工程 平均粒径が5～100 μ mの α 型の炭化珪素粉末100重量部に対し、平均粒径が0.1～1 μ mの α 型または β 型の炭化珪素粉末を10～70重量部を均一に混合する工程；

第2工程 前記第1工程により得られた混合物を成形する工程；および

第3工程 前記第2工程により得られた成形体を1700～2300 $^{\circ}$ Cの温度範囲内で焼成する工程。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、多孔質炭化珪素焼結体および多孔質炭化珪素の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、炭化珪素は高い硬度、優れた耐摩耗性、優れた耐酸化性、優れた耐食性、良好な熱伝導率、低い熱膨張率、高い耐熱耐衝撃性並びに高温での高い強度の化学的および物理的に優れた特性を有し、メカニカルシールや軸受などの耐摩耗材料、高温炉用の耐火材、熱交換器、燃焼管等の耐熱構造材料、酸およびアルカリなどの強い腐食性を有する溶液のポンプ部品等の耐腐食材料として広く使用することができる材料である。

【0003】従って、これらの優れた性質を有する炭化珪素焼結体であって、開放気孔すなわち外部に対して通気性を有する気孔（以下単に気孔と称す）を有する多孔質炭化珪素焼結体は、前記炭化珪素の特徴を生かして、高温雰囲気、酸性雰囲気および／または腐食性雰囲気で使用される濾過フィルター、酸化発熱反応あるいは高温下における化学反応用の触媒あるいは触媒担体として利用可能な材料であり、例えばメッキ液中に混入しているスラッジあるいは硫酸、塩酸等の腐食性液体中に混入している異物粒子の除去のために使用されるフィルターとして使用し得ることが考えられる。

【0004】上述のようなフィルターの用途に対しては、単に耐熱性、耐食性が必要であるばかりでなく、流体の通過時の抵抗が小さく、しかも高効率で異物粒子を取り除くことができ耐用期間が長い等の特性が必要とされる。一方、触媒、触媒担体あるいは熱交換器等の用途に対しては化学反応、熱移動あるいは物質移動の生成を有効に行わせるための表面積が多いこと等が必要とされる。

【0005】ところで従来、炭化珪素焼結体は、 β 型炭化珪素粉末に有機樹脂バインダーおよび可塑材等を配合

してなる原料を成形し、この成形体を焼成することにより、炭化珪素微粒子を粒成長させて板状結晶を生成させると共に、これらを互いに焼結させることにより製造されていた。このような板状の結晶組織を有する焼結体は、気孔率が大きく、しかも気孔径が比較的均一で、排ガスフィルターとして使用した場合の圧力損失（又は排気抵抗）が低いという特性を有していた。

【0006】しかしながら、 β 型炭化珪素粉末は、焼結時に異常粒成長し易く、所望の気孔径を有する焼結体を得るためには、極めて狭い温度領域に温度制御をすることが必要であり、また、同様の理由から気孔径を均一にすることも困難であった。更に、この方法では多孔質炭化珪素焼結体は主として板状結晶から構成されるため、結晶間の結合点が少なく、多孔質体の機械的強度が低いという問題点があった。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上述のごとき問題点を解決するためになされたものであり、その目的は、焼結体製造時の気孔径制御を容易にできて、所望の気孔径の焼結体を確実に製造することができると共に、気孔の大きさが比較的均一で、機械的強度に優れた焼結体を得ることにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために発明者は鋭意研究を行った結果、以下の発明に到った。すなわち、請求項1の発明は結晶粒径の平均値が5～100 μ m、気孔径が1～30 μ m、気孔率が20～60%であることを特徴とする多孔質炭化珪素焼結体である。また、請求項2の発明は、下記の第1工程～第3工程のシーケンスからなる、結晶粒径の平均値が5～100 μ m、気孔径が1～30 μ m、気孔率が20～60%である多孔質炭化珪素焼結体の製造方法である。

第1工程 平均粒径が5～100 μ mの α 型の炭化珪素粉末100重量部に対し、平均粒径が0.1～1 μ mの α 型または β 型の炭化珪素粉末を10～70重量部を均一に混合する工程；

第2工程 前記第1工程により得られた混合物を成形する工程；および

第3工程 前記第2工程により得られた成形体を1700～2300 $^{\circ}$ Cの温度範囲内で焼成する工程。

【0009】こうすることにより、焼成温度と焼成によって得られる焼結体の気孔径との相関関係をリニアでかつ緩やかな関係にでき、気孔径を所望の大きさにするための焼成温度の制御が容易になる。また、粒状の結晶が焼結に関与することで結晶間の接触面積が増加して、結晶間の結合力が増強され、多孔質体全体としての機械的強度が向上する。

【0010】これに対し、従来のような β 型炭化珪素粉末を出発原料とした場合の粒界においては、ある温度領域において急激な異常粒成長が生じやすいため、比較的

粗大な板状結晶が生成される。それ故、この多孔質焼結体の結晶組織は、粗大な板状結晶が焼結体の主骨格を形成して、それらの間隙に比較的大きな気孔が形成される。従って、結晶間の結合力が小さくなって多孔質全体としての機械的強度が低くなる。

【0011】前記原料炭化珪素粉末としては、平均粒径が5~100 μ mの α 型炭化珪素粉末100重量部に対し、平均粒径が0.1~1 μ mの α 型または β 型の炭化珪素を10~70重量部配合することが好ましい。 α 型または β 型の炭化珪素の平均粒径が0.1 μ m未満では、粒成長を制御し難いばかりでなく、得難く高価であるため実用的でない。また、1 μ mより大きいと粉末の活性が低いと、好適に多孔質体を得ることが困難になる。

【0012】 α 型炭化珪素粉末の平均粒径が5 μ m未満の場合、 α 型または β 型炭化珪素の異常粒成長を抑制する効果が低い。また、100 μ mより大きいと成形性が劣悪になるばかりでなく、得られる多孔質体の強度が劣化する。

【0013】配合する α 型または β 型の炭化珪素粉末が70重量部を超えると、急激な異常粒成長が効果的に緩和されず、比較的大きな炭化珪素の結晶が生成されるため、強度に優れた焼結体が得られない。また、10重量部未満では、所望の気孔径を得るには焼結温度を極めて高くする必要が生じ、コスト面で不利である。

【0014】上記の条件に従い、 α 型炭化珪素粉末に、 α 型または β 型炭化珪素粉末を配合する割合を適宜設定すれば、焼結体の気孔径の大きさを1~数10 μ mの範囲で容易かつ確実に制御することができる。

【0015】本発明の原料粉末には成形用バインダー及び必要に応じて分散溶媒が配合されてスラリー状の成形材料が得られ、これを所望形状の成形体に成形した後、焼成することにより多孔質炭化珪素焼結体が製造されるものである。

【0016】前記成形用バインダーとしては、ポリビニルアルコール、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ポリエチレングリコール、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、アクリル樹脂等があげられる。この成形用バインダーの配合割合は一般に、炭化珪素粉末の合計100重量部に対し、1~10重量部の範囲が好適である。この配合割合が1重量部未満では、成形体の強度が不十分となり、10重量部を超えると、バインダーを除去する際に成形体にクラックが発生しやすくなる。

【0017】前記原料粉末に配合される分散溶媒としては、ベンゼン等の有機溶剤、メタノール等のアルコール、水等が使用でき、その配合量は原料スラリーの粘度に応じて調整される。前記原料スラリーは、アトライター等で混合された後、ニーダー等で充分に混練して調整され、所望形状の成形体に成形される。

【0018】乾燥を完了した成形体を焼成する場合、焼成温度は1700~2300 $^{\circ}$ Cであることが好ましい。また、この場合、非酸化性雰囲気下にて焼成するのが望ましい。それは、焼成時の熱によって炭素質物質が燃焼し消失するのを防止するためである。この焼成温度が1700 $^{\circ}$ C未満では、炭化珪素微粒子の成長速度が極めて遅く、粒子間の接触部位における焼結が不十分となって強度に優れた焼結体が得られない。一方、焼成温度が2300 $^{\circ}$ Cを超える場合、燃料消費量が増大して、コスト面で不利になるばかりでなく、炭化珪素の昇華が著しくなり、焼結体の機械的強度が低くなる。

【0019】

【発明の実施の形態】次に本発明を実施例および比較例について説明する。

【0020】実施例1

出発原料として平均粒径10 μ mの α 型炭化珪素粉末100重量部に対し、平均粒径0.7 μ mの α 型炭化珪素粉末45重量部を混合した。

【0021】前記炭化珪素微粉末100重量部に対し、ポリビニルアルコール5重量部、水300重量部を配合し、ボールミル中で5時間混合した後乾燥した。この乾燥混合物を適量採取し、顆粒化した後金属製押し型を用いて600kg/cm²の圧力で成形した。この生成体の密度は2.0g/cm³であった。前記生成体を外気を遮断することのできる黒鉛製ルツボに装入し、タンマン型焼成炉を使用して1気圧のアルゴンガス雰囲気中で焼成した。なお、焼成は10 $^{\circ}$ C/分で2200 $^{\circ}$ Cまで昇温し、最高温度2200 $^{\circ}$ Cで2時間保持した。得られた焼結体の結晶構造は、結晶粒径の平均値が10 μ m、水銀ポロシメータにより測定した平均気孔径が7 μ m、気孔率が38%であった。

【0022】実施例2

出発原料として平均粒径30 μ mの α 型炭化珪素粉末100重量部に対し、平均粒径0.3 μ mの β 型炭化珪素粉末30重量部を混合した。

【0023】前記炭化珪素微粉末100重量部に対し、ポリビニルアルコール5重量部、水300重量部を配合し、ボールミル中で5時間混合した後乾燥した。この乾燥混合物を適量採取し、顆粒化した後金属製押し型を用いて600kg/cm²の圧力で成形した。この生成体の密度は2.0g/cm³であった。前記生成体を外気を遮断することのできる黒鉛製ルツボに装入し、タンマン型焼成炉を使用して1気圧のアルゴンガス雰囲気中で焼成した。なお、焼成は10 $^{\circ}$ C/分で2150 $^{\circ}$ Cまで昇温し、最高温度2150 $^{\circ}$ Cで2時間保持した。得られた焼結体の結晶構造は、結晶粒径の平均値が30 μ m、水銀ポロシメータにより測定した平均気孔径が12 μ m、気孔率が38%であった。

【0024】比較例1

出発原料として平均粒径3 μ mの α 型炭化珪素粉末10

0重量部に対し、平均粒径 $0.7\mu\text{m}$ の α 型炭化珪素粉末45重量部を混合した。

【0025】前記炭化珪素微粉末100重量部に対し、ポリビニルアルコール5重量部、水300重量部を配合し、ボールミル中で5時間混合した後乾燥した。この乾燥混合物を適量採取し、顆粒化した後金属製押し型を用いて $600\text{kg}/\text{cm}^2$ の圧力で成形した。この生成形体の密度は $1.6\text{g}/\text{cm}^3$ であった。前記生成形体を外気を遮断することのできる黒鉛製ルツボに装入し、タンマン型焼成炉を使用して1気圧のアルゴンガス雰囲気中で焼成した。なお、焼成は $10^\circ\text{C}/\text{分}$ で 1650°C まで昇温し、最高温度 1650°C で2時間保持した。得ら

れた焼結体の結晶構造は、結晶粒径の平均値が $2.0\mu\text{m}$ 、水銀ポロシメータにより測定した平均気孔径が $2\mu\text{m}$ 、気孔率が50%であった。

【0026】

【発明の効果】以上説明したように本発明の多孔質炭化珪素焼結体および多孔質炭化珪素焼結体の製造方法によれば、結晶体製造時の気孔径制御を容易かつ確実に行うことができると共に、気孔の大きさが比較的均一で、機械的強度に優れた焼結体を製造することができ、結晶粒径の平均値が $5\sim100\mu\text{m}$ 、気孔径が $1\sim30\mu\text{m}$ 、気孔率が20~60%の多孔質炭化珪素焼結体を得ることができる。